

ICP-MS 测定奶粉中碘元素含量

ICPMS-164

摘要：本文参考国家标准《GB 5009.267-2020 食品安全国家标准 食品中碘的测定》，利用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪测定了奶粉中碘元素含量。实验结果表明：碘元素的相关系数 $r=0.99996$ ，方法检出限为 0.003 mg/kg ，精密度 $RSD<1.5\%$ ，加标回收率为 107.5% ，该方法操作简便、快速，测试结果准确，可适用于乳制品等食品样品中碘元素含量的测定。

关键词：ICPMS-2030 奶粉 碘

碘 (I) 是人体必需的微量元素，对人体生长发育、新陈代谢有重要影响，缺碘或者碘过量均会对人体造成危害。碘通常以游离的元素碘、碘化物、碘酸盐、甲基碘及其他有机碘等多种形式存在。

食品中碘含量的测试方法主要包括气相色谱法、气相色谱-质谱法和气相色谱衍生-萃取法等，虽然测试方法很多，但是存在操作繁琐和灵敏度低等问题。《GB 5009.267-2020 食品安全国家标准 食品中碘的测

定》于 2021 年 3 月 11 日正式实施，标准增加了电感耦合等离子体质谱法 (ICPMS) 作为测定食品中碘含量测定的第一法。

ICP-MS 作为高灵敏度、线性范围宽、多元素快速分析的无机质谱技术，是痕量、超痕量元素分析的主要手段。本文采用四甲基氢氧化铵对样品进行提取，使用岛津 ICPMS-2030 系列分析了奶粉中碘元素含量。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿分别为塑料或玻璃材质，使用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用四甲基氢氧化铵为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品前处理

准确称取 0.2 g (精确到 0.001 g) 奶粉样品于 50 mL 塑料离心管中，加入 5% 的四甲基氢氧化铵提取液 5 mL ，涡旋 1 min ，使样品充分分散，旋紧盖子，置于 90°C 恒温烘箱 (每隔半小时取出振摇) 提取 3 h ，冷却，使用超纯水定容至 50 mL ，在 6000 r/min 的转速下离心 10 min ，取上层清液用 $0.45 \mu\text{m}$ 滤膜过滤后，待测。同法制备样品空白溶液和样品加标溶液。

1.4 仪器参数

等离子体参数：

高频功率： 1.2 kW

辅助气流速： 1.1 L/min

炬管类型：Mini

雾化室：旋流

采样深度： 5.0 mm

碰撞池参数：

碰撞气种类：He

池电压： -21 V

等离子体气流速： 8.0 L/min

载气流速： 0.7 L/min

雾化器类型：同心

雾室温度： 5°C

高频频率： 27.12 MHz

碰撞气流速： 6.0 mL/min

能量过滤器电压： 7.0 V

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线溶液配制

以 0.5% 四甲基氢氧化铵将碘溶液稀释为 0、0.100、1.00、5.00、10.0、15.0、20.0 $\mu\text{g/L}$ 的标准序列，标准曲线见图 1，线性相关系数 $r=0.99996$ 。内标元素碲 (^{125}Te) 浓度为 100 $\mu\text{g/L}$ ，采用内标组件在线添加。

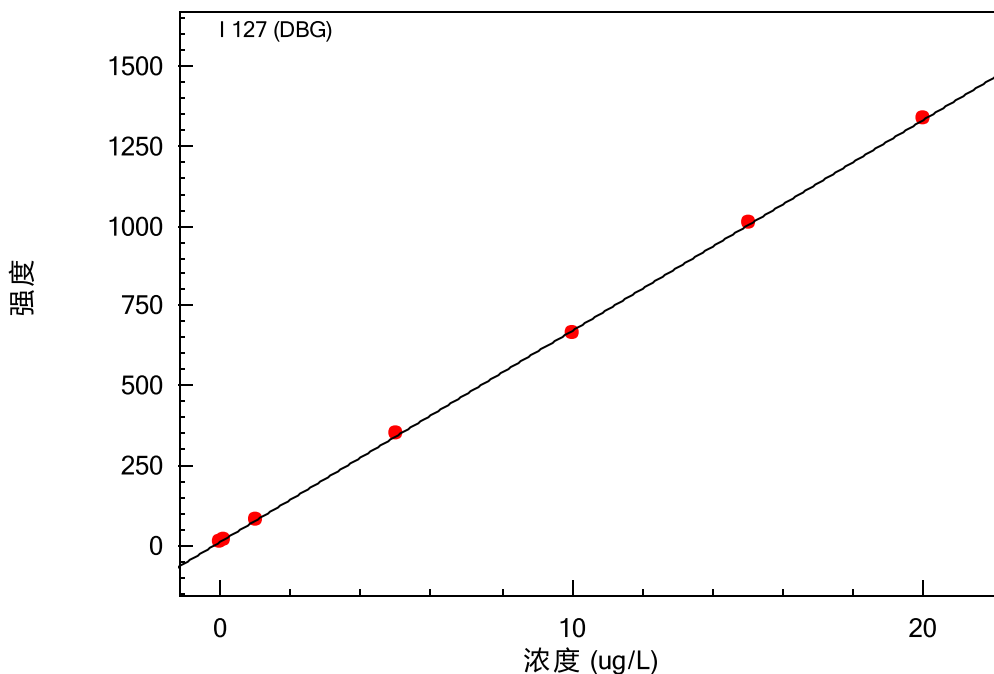


图 1 I 元素的标准曲线 $r=0.99996$

2.2 检出限

按照实验方法对样品空白进行 11 次测定，计算碘元素的仪器检出限 (IDL)，按照称样量 0.2 g 定容到 50 mL 计算，得到方法检出限 (MDL)，结果见表 1。

表 1 检出限结果

元素	内标	仪器检出限 ($\mu\text{g/L}$)	方法检出限 (mg/kg)
^{127}I	^{125}Te	0.012	0.003

2.3 样品分析结果及加标回收率

使用 ICPMS-2030 系列测定了奶粉样品中碘含量，为考察方法的准确性，对样品进行加标回收，实验结果见表 2。

表 2 奶粉样品分析结果及加标回收率

元素	内标	分析结果 ($\mu\text{g/L}$)	样品含量 (mg/kg)	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标后测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	RSD(n=6) (%)	加标回收率 (%)
^{127}I	^{125}Te	5.06	1.26	5.0	10.5	1.35	107.5

2.4 方法精密度实验

为了验证本方法的重复性，对加标后的奶粉样品连续 6 次测定 (最终溶液碘元素加标量为 5.0 $\mu\text{g/L}$)，计算方法精密度，相对标准偏差 (RSD) 为 1.35%，详细结果见表 3。

表 3 方法精密度测试结果

元素	加标样测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						RSD (%)
	1#	2#	3#	4#	5#	6#	
^{127}I	10.5	10.6	10.4	10.5	10.4	10.8	1.35

■ 结论

参考国家标准《GB 5009.267-2020 食品安全国家标准 食品中碘的测定》，使用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪测定了奶粉中碘元素含量。碘元素的相关系数 $r=0.99996$ ，方法检出限为 0.003 mg/kg ，精密程度为 $RSD<1.5\%$ ($n=6$)，加标回收率为 107.5% ，该方法操作简便、快速，测试结果准确，可适用于乳制品等食品样品中碘元素含量的测定。

岛津应用云

